

[文章编号] 1004- 0609(2001)06- 0998- 04

SiC_w 增强锌基复合材料微结构的 TEM 观察^①

梅 志¹, 顾明元², 吴人洁²

(1. 华中科技大学 材料科学与工程学院, 武汉 430074; 2. 上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200030)

[摘 要] 通过透射电镜对碳化硅晶须增强锌基复合材料微结构的观察, 发现碳化硅晶须与基体间界面结合良好, 界面附近区域分别存在 $T(T')$ 相和二次析出 η 相, 且后者与碳化硅晶须间存在一定取向关系。此外, 挤压变形后碳化硅晶须中存在大量位错、层错和孪晶等缺陷, 基体中 η 相也有孪晶产生。

[关键词] 碳化硅晶须; 锌基复合材料; 微结构

[中图分类号] TB 331; TG 115. 21

[文献标识码] A

锌基复合材料(以下简称为 ZMC)是近年来发展起来的一种新型金属基复合材料, 它克服了锌合金耐高温性能差、热膨胀系数大等缺点, 具有优良的力学性能和耐磨性能, 在轴承、轴瓦、模具以及各种防护件方面有着广阔的应用前景^[1~3]。目前关于 ZMC 性能和碳化硅颗粒增强 ZMC 微结构的研究已有多篇报道^[4~9], 而以碳化硅晶须为增强体的 ZMC 微结构研究工作则鲜见报道。作者以真空压力浸渍方法制备的碳化硅晶须(SiC_w)增强锌基复合材料为研究对象, 利用透射电镜(TEM)观察了该材料中的增强体、基体微结构及这两者之间的界面特征。

1 实验

实验材料为真空压力浸渍方法制备的 20% SiC_w 增强的锌基复合材料。晶须为日本东海碳素公司生产的 β -SiC 晶须, 其直径为 0.4~1.0 μm , 长度为 30~80 μm , 将碳化硅晶须加少量粘结剂混合制成预制件。基体成分(质量分数, %)为: 23.4 Al, 2.2 Cu, 其余为 Zn。基体熔化温度为 660 $^{\circ}\text{C}$, 预制件加热温度为 630 $^{\circ}\text{C}$, 浸渍压力为 7.0~8.5 MPa。材料制备完成后, 接着进行 380 $^{\circ}\text{C}$, 24 h 固溶处理, 再经 260 $^{\circ}\text{C}$, 0.5 h 加热后经受截面收缩比为 12 的挤压。

制备透射电镜样品时, 沿挤压方向用线切割方法切下约 0.5 mm 厚薄片, 机械减薄至约 80 μm 左右, 用磨凹仪把样品磨成中间薄边缘厚的球形凹面, 使中心部分厚度约 15 μm , 再使用离子减薄仪

将样品继续减薄直至穿孔, 样品观察主要在 JEM-200C 型透射电镜上进行。

2 结果与分析

2.1 SiC_w 微结构

由于碳化硅晶须与锌合金基体的热膨胀系数相差很大, 在材料制备和处理过程中产生应力, 而且它还在材料制备过程中受到了挤压, 致使 SiC 晶须中形成了大量的位错、层错和孪晶等缺陷。图 1 所示即为 SiC 晶须内部所形成的高密度层错; 图 2 所示为 SiC 晶须纵截面中观察到的位错弱束像, 可注意到位错线始于 SiC 晶须边缘, 向晶须中间伸展。

图 3 所示为 SiC 晶须中存在的孪晶及其衍射花样, 可发现其中两个孪晶面发生交叉。对碳化硅晶须的电子衍射分析表明, 此晶须为面心立方点



图 1 碳化硅晶须中的层错组织

Fig. 1 Stacking faults in SiC whisker

① [收稿日期] 2000- 12- 05; [修订日期] 2001- 04- 04

[作者简介] 梅 志(1964-), 副教授, 博士。

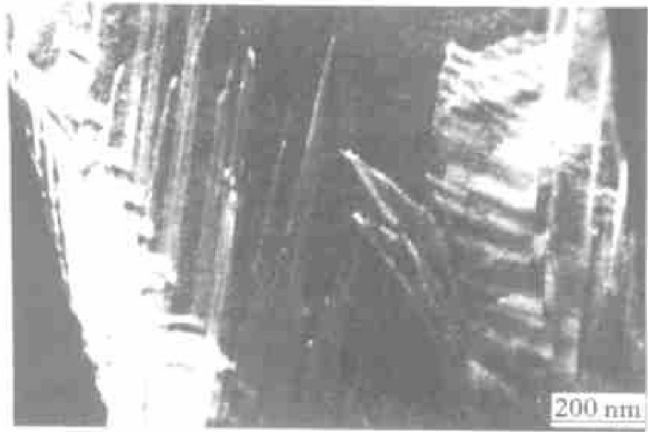


图 2 SiC 晶须纵截面中的位错组织

Fig. 2 Dislocations in vertical section of SiC whisker

能够通过位错滑移、孪生和形成层错等多种变形方式来释放应力。

2.2 ZMC 基体微结构

与基体成分相对应的基体所发生的组织转变过程比较复杂。由铝-锌二元相图及铝- 锌-铜三元相图可知, 室温下与基体成分相对应的平衡相组织为 η 相(含铝富锌相)和 α 相(含锌富铝相), 且基体中以 η 相为主。从图 4 可见, 基体组织中的晶粒十分细小, 约为 0.3~ 0.5 μm 。这是由于晶须的存在, ZMC 中基体合金的结晶形核得到促进, 晶粒的长大受到限制所致; 同时合金元素 Cu 也有促使晶粒细小、均匀的作用。在挤压变形条件下, 基体中 η 相因形变而产生孪晶, 如图 5 所示。

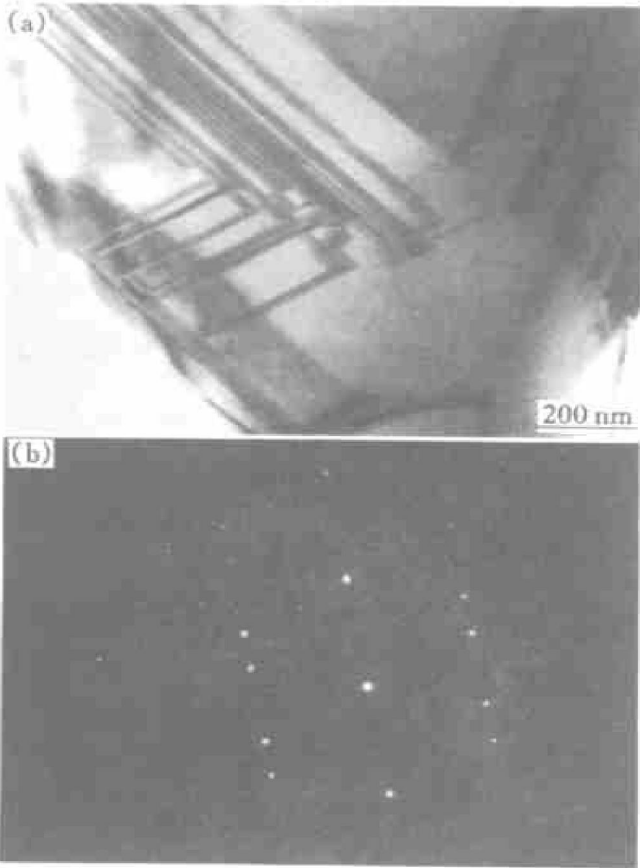


图 3 碳化硅晶须中产生的孪晶及其衍射花样

Fig. 3 Twin produced in SiC whisker and its diffraction pattern

(a) —Twin; (b) —Diffraction pattern



图 4 ZMC 的基体组织形貌

Fig. 4 Microstructure of ZMC matrix

阵, 由晶格参数推算, 它应为 $a=0.4389\text{nm}$ 的 $\beta\text{-SiC}_w$, 其 ASTM 卡片号为 29-1128。

在类似的试样制备和加工条件下, 文献[5]在透射电镜下观察碳化硅颗粒与短碳纤维混杂增强 ZMC 时, 发现碳化硅颗粒几乎没有变形。这是因为与碳化硅颗粒相比, 碳化硅晶须则为一近乎完整的理想晶体, 内部缺陷很少, 其面心立方结构使得它



图 5 ZMC 基体中 η 相所产生的孪晶

Fig. 5 Twin produced among η phase in matrix

2.3 ZMC 界面微结构

界面结合状态是影响复合材料性能的主要因素之一, 电镜观察表明, 碳化硅晶须与基体在界面处结合良好, 挤压后也没有发现裂纹。根据 TEM 观察, 碳化硅晶须与基体间界面上存在两种析出物:

1) 块状析出物, 如图 6 所示; 2) 细小颗粒状析出物, 如图 7 所示。



图 6 碳化硅晶须与基体界面处的块状析出物

Fig. 6 Bulk precipitates at interface between SiC_w and matrix

由图 6 可看出, SiC_w与基体间界面上有一些块状析出相, 能谱分析表明该析出相的成分主要为铜、锌、铝。根据文献[10~12]分析, 该析出产物应为 T 或 T' 相, 其近似的组成分别为 $\text{Cu}_5\text{Zn}_2\text{Al}_3$ 或 Cu_3ZnAl_3 。这是因为在 ZMC 凝固过程中, Cu 及 Zn 在 α 和 β 界面处易偏析, 比较容易形成富 Cu 和

Zn 的复合相或二元(三元)共晶产物, 而 SiC_w 界面处缺陷也较多, 便于 $T(T')$ 相依附界面形核, 然后依靠形核长大机制长大而形成界面上的析出产物。

从图 7 可看到 SiC_w 附近基体中 $\alpha(\text{Al})$ 内析出的 η 相, 呈细小颗粒状(图 7(a), (b) 分别为其对应的明场像和暗场像), 这是因为非平衡凝固使得 $\alpha(\text{Al})$ 中锌含量过饱和后二次析出。此 η 相与 $T(T')$ 相在形貌上有明显区别, η 相呈细小颗粒状, 而 $T(T')$ 相则呈多角形的形状。在界面处进行电子衍射分析, 利用双倾台对试样进行倾转, 可得到包括晶须和基体在内的合成衍射花样, 如图 7(c) 所示。经标定(见图 7(d))后发现 SiC 晶须与基体中析出相 η 之间存在一定的取向关系, 其晶向和晶面的位向关系为:

$$\begin{aligned} [\bar{1}11]_{\text{SiC}} // [0001]_{\eta} \\ (202)_{\text{SiC}} // (\bar{1}\bar{1}20)_{\eta} \end{aligned}$$

3 结论

1) 作为增强体的碳化硅晶须中存在大量位错、层错和孪晶等缺陷。

2) 基体组织中的晶粒十分细小, 基体中 η 相

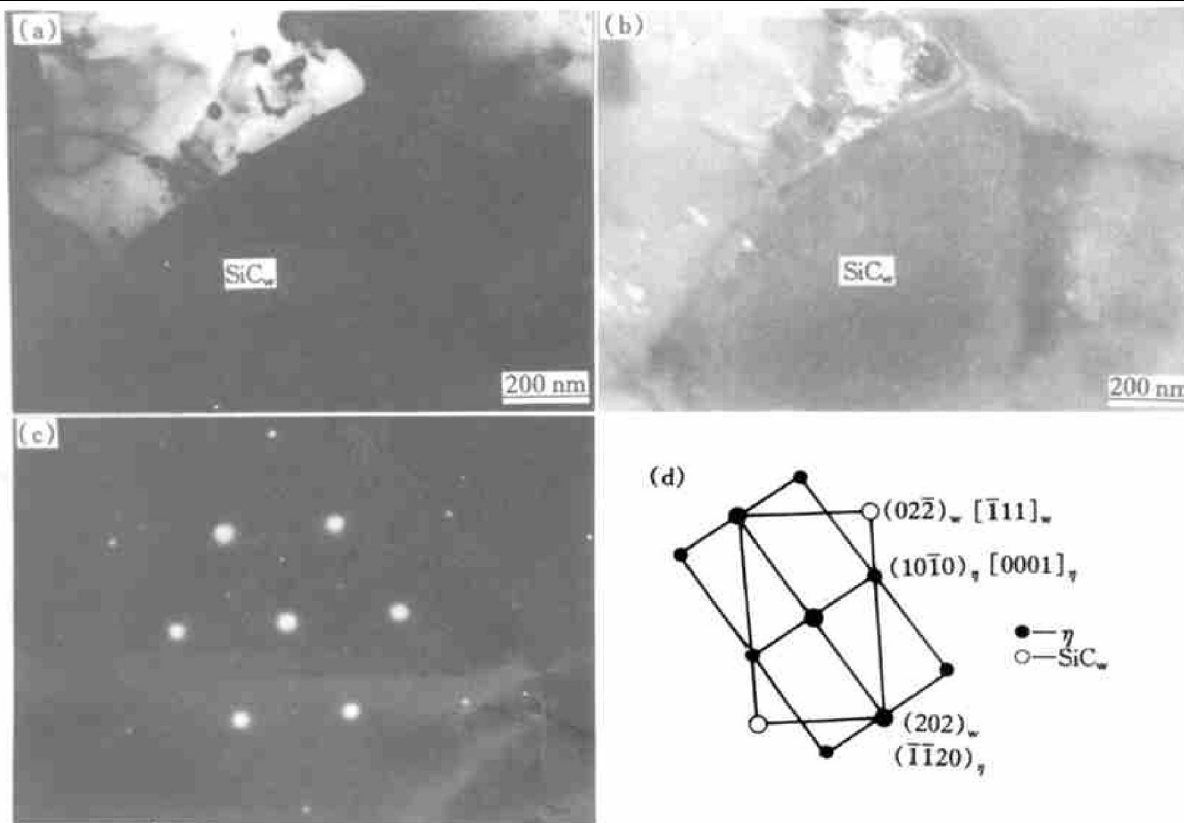


图 7 碳化硅晶须与基体界面处的颗粒状析出物及取向关系

Fig. 7 Particle precipitates at interface between SiC_w and matrix and their orientation

(a) —Bright field; (b) —Dark field; (c) —Diffraction pattern; (d) —Calculated diffraction pattern

在挤压后有孪晶产生。

3) 碳化硅晶须与基体间界面结合良好, 碳化硅晶须与基体间界面上存在两种析出物, 块状 T (T') 相析出物和细小颗粒状二次析出 η 相, 且两者间存在取向关系:

$$[\bar{1}11]_{\text{SiC}} \parallel [0001]_{\eta} \text{ 和 } (202)_{\text{SiC}} \parallel (\bar{1}\bar{1}20)_{\eta}.$$

[REFERENCES]

- [1] Dellis M A, Keustermans J P, Delannay F. Zr-Al matrix composites: investigation of thermal expansion, creep resistance and fracture toughness [J]. Mater Sci Eng A, 1991, A135(1-2): 253-257.
- [2] ZHU He-xiang(朱和祥), LIU Shi-kai(刘世楷). 锌基复合材料研究进展 [J]. Materials Review (材料导报), 1994(1): 62-68.
- [3] LIU Jin-shui(刘金水), SHU Zhen(舒震), XIANG Pin-feng(项品峰), et al. TiC_p/ZA43 复合材料的制备及其拉伸性能 [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1998, 8(4): 585-589.
- [4] Ilija Bobic, Branko Djuric, Milan T Jovanovic, et al. Improvement of ductility of a cast Zn-25Al-3Cu alloy [J]. Materials Characterization, 1992, 29: 277-283.
- [5] Zhu H X, Liu S K. Mechanical properties of a squeeze-cast zinc alloy matrix composites containing α -alumina fibres [J]. Composites, 1993, 24(5): 437-442.
- [6] Gu M Y, Chen Z Y, Wang Z M, et al. Damping characteristics of Zr-Al matrix composites [J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1994, 30(10): 1321-1326.
- [7] TAO Jie(陶杰), ZHANG Mao-gen(张茂根). SiC_p/Zn 基复合材料的制备与显微组织的观察 [J]. Journal of Nanjing University of Aeronautics and Astronautics(南京航空航天大学学报), 1994, 26(4): 495-500.
- [8] TAO Xiao-dong(陶晓东), SHI Zhong-liang(施忠良), GU Ming-yuan(顾明元). SiC_p 和短碳纤维混杂增强 ZA27 复合材料界面微结构研究 [J]. Acta Materialia Composita Sinica(复合材料学报), 1997, 14(3): 20-24.
- [9] MEI Zhi(梅志), LIU Shao-an(刘少安). SiC_w 增强锌基复合材料时效反应动力学研究 [J]. Aerospace Materials and Technology(宇航材料工艺), 1998, 28(2): 50-54.
- [10] Mondolfo L F. Aluminum alloys: Structure and Properties [M]. London: Butterworths, 1976. 520.
- [11] Savaskan T, Murphy S. Decomposition of Zr-Al alloys on quenching [J]. Materials Science and Technology, 1990, 6: 695-703.
- [12] Durman M, Murphy S. Precipitation of metastable ϵ phase in a hypereutectic zinc-aluminum alloy containing copper [J]. Acta Metall Mater, 1991, 39(10): 2235-2242.

TEM observation of microstructure of SiC whisker reinforced zinc alloy matrix

MEI Zhi¹, GU Ming-yuan², WU Ren-jie²

(1. School of Materials Science and Engineering,

Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, P. R. China;

2. State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University,
Shanghai 200030, P. R. China)

[Abstract] The microstructure of SiC_w reinforced zinc alloy matrix have been observed by means of transmission electron microscope. It was found that the interfacial bonding between the SiC_w and the matrix is good. There exist T (T') phase and secondary precipitated η phase near the interface, and an orientation relationship between the SiC_w and the secondary precipitated η phase is found out. Besides, large amounts of dislocations, stacking faults and twins were observed in the SiC_w reinforcement after extruding the specimen. Twins were also observed inside η phase in the matrix.

[Key words] SiC whisker; zinc alloy matrix composite; microstructure

(编辑 黄劲松)